

ヘッドスペース固相マイクロ抽出/ガスクロマトグラフィーによるペチジンの検出

著者	妹尾 洋, 石井 晃, 西川 正信, 渡部 加奈子, 鈴木 修, 服部 秀樹
雑誌名	日本法医学雑誌
巻	50
号	SUPPLEMENT
ページ	59
発行年	1996-04-05
URL	http://hdl.handle.net/10271/1827

妹尾 洋, 石井 晃, 西川 正信, 渡部 加奈子, 鈴木 修 (浜松医大)
服部 秀樹 (愛知医大)

ペチジンは鎮痛薬、麻酔前投薬などとしてよく使われている合成麻薬性鎮痛薬である。今回我々は固相マイクロ抽出 (Solid Phase Microextraction, SPME) 法を用いてペチジンについてヒト全血、尿からのヘッドスペース SPME による抽出法を検討し、ガスクロマトグラフィー (GC) で分析を行い、良好な結果を得たので報告する。

全血 1 ml (ペチジン 1 μg と内部標準としてジフェニルピラリン 0.5 μg を添加) を 1 ml の 1 M 過塩素酸で除蛋白し、遠心後、上清をヘッドスペース用 7.5 ml バイアル瓶に移した。100 μl の 10 M NaOH 溶液と 0.5 g の NaCl を加え、攪拌後、バイアル瓶をシリコン栓付きキャップで密栓し、100 $^{\circ}\text{C}$ で加温した。10 分後 SPME ホルダー針をバイアル瓶に刺し、ファイバー (ポリジメチルシロキサン、膜厚 100 μm) をヘッドスペース内に露出し 30 分加温した。ファイバーをホルダー針内に納めた後、ホルダーをバイアル瓶から抜き、直ちに GC 分析を開始した。尿 (1 ml) では、除蛋白操作なしでそのままバイアル瓶に容れ、上記と同様に抽出操作を行い、GC で分析を行った。

GC はヒューレットパッカード社製 HP-5890 Series II を使い、注入口温度 240 $^{\circ}\text{C}$ 、カラム温度 100 - 250 $^{\circ}\text{C}$ (10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 昇温)、ヘリウムガス流量 3 ml/min とし、水素炎イオン化検出法により検出を行った。サンプル注入はスプリットレスモードで行い、1 分後にスプリットモードに切り替えた。カラムは J & W 社製 DB-17 キャピラリーカラム (長さ 30 m、内径 0.32 mm、膜厚 0.25 μm) を使用した。

図にペチジンとジフェニルピラリン (内部標準) のガスクロマトグラムを示した。問題となるような不純ピークとの重複はなく、回収率は、全血ではペチジンが 3 %、ジフェニルピラリンが 18 %、尿ではそれぞれ 14 % と 49 % であった。さらに、全血に薬剤を添加し検量線を作成したところ、0.125 - 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の範囲で直線性を示した。ペチジンの検出限界は全血で 0.1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、尿では 0.02 $\mu\text{g}/\text{ml}$ であった。

SPME 法では有機溶媒を必要とせず、目的物質をファイバーに吸着させ直接 GC に導入することができる。回収率は一般にあまり高くないが、定量性に問題はみられず、簡便な抽出法として法医学領域で有用であると思われる。

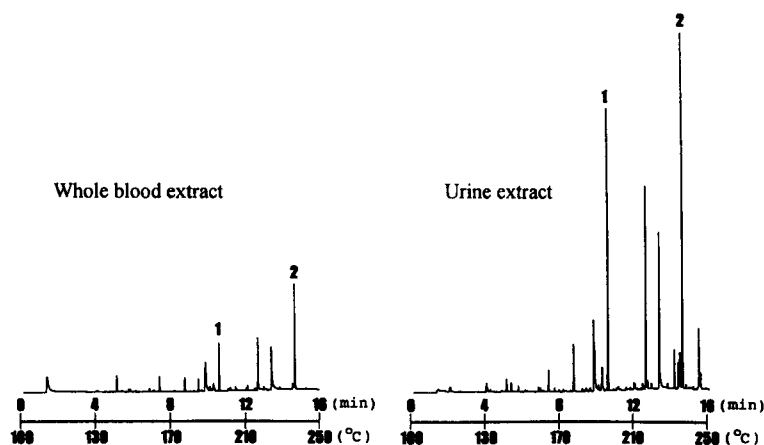


図 1. ヘッドスペース SPME 法によるペチジン、ジフェニルピラリンの GC.

1. ペチジン; 2. ジフェニルピラリン (内部標準)